

hcp 结构 TiZrHf 中熵合金变形行为的 准原位 EBSD 研究

张玉晴^{1,2}, 张东东^{1,2}, 易萌^{1,2}, 匡杰^{1,2}, 刘刚^{1,2}, 孙军^{1,2}

(1. 西安交通大学 材料科学与工程学院, 陕西 西安 710049)

(2. 西安交通大学 金属材料强度国家重点实验室, 陕西 西安 710049)

摘要: 通过真空电弧炉熔炼和冷轧退火的方法成功制备了具有均匀等轴晶组织的 TiZrHf 中熵合金和纯 Ti。X 射线衍射(XRD)和电子背散射衍射(EBSD)实验证实 TiZrHf 合金与纯 Ti 都为单相 hcp 结构, 轴比接近, 且二者经冷轧退火后均表现出明显的基面织构。为了对比这 2 种轴比相似的 hcp 金属在塑性变形机制上的差异, 使用扫描电镜(SEM)和 EBSD 技术对 TiZrHf 合金和纯 Ti 在单向拉伸过程中的微观组织和织构演化进行了准原位表征。滑移迹线分析结果表明, 相比于纯 Ti, TiZrHf 合金中锥面滑移和 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶的活跃程度显著提高, 而 $\{11\bar{2}2\}$ 压缩孪晶的活跃程度则相应降低。

关键词: hcp 中熵合金; 变形机制; 滑移迹线; 织构; 准原位 EBSD

中图分类号: TB139

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)02-0719-09

高熵合金自从 2004 年被提出以后, 便因其优异的性能以及与传统合金截然不同的设计理念而受到广泛关注^[1]。由于高熵合金具有高的混合熵, 因此大多为 fcc、bcc 或 hcp 的单相固溶体^[2-4]。到目前为止, 高熵合金领域绝大多数研究集中在单相 fcc 或 bcc 结构上, 因为它们分别具有高延展性或高强度^[5-10]。近些年来, 又有诸多研究表明 fcc 或 bcc 相中混入 hcp 相的多相合金拥有良好的综合性能^[11-14]。然而, 到目前为止, 对单相 hcp 高熵合金性能及变形机理的研究还十分有限。

hcp 金属中存在的滑移系主要包括 $\{0001\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 、 $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 、 $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$ 和 $\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$ 等。一般而言, 在室温下, 基面 $\langle a \rangle$ 滑移和柱面 $\langle a \rangle$ 滑移的临界分切应力要远低于锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移。这导致后者对室温变形的贡献较小。由于无论是基面 $\langle a \rangle$ 滑移还是柱面 $\langle a \rangle$ 滑移都无法协调晶粒沿 c 轴方向的应变, hcp 金属通常需要开动相应的孪晶来协调外加应变。一般而言, 孪生具有单向性, 且其所能提供的应变相对有限, 所以锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移的活跃程度往往与材料的延性高度相关^[15]。例如, 大量研究表明在 Mg 中添加 Y、Ca、Li 等元素可使材料中 $\langle c+a \rangle$ 位错变得活跃, 从而明显提高材料的延性; 也有研究表明, 通过高压扭转细化纯 Mg 晶粒也可以使非基面滑移更加活跃从而获得良好的强

度和塑性^[16]。除此之外, 对 Ti 合金及 Zr 合金等材料来说, $\langle c+a \rangle$ 位错的滑移也有助于材料在变形过程中协调 c 轴应变, 从而提高材料的变形能力^[17-22]。hcp 高熵合金是高熵概念与密排六方晶体结构的结合, 高熵合金由于其特殊的成分设计理念及普遍存在的化学短程有序, 出现了不同于传统合金的位错行为。一方面, 含有多种主要合金元素的高熵合金可以更好地调控轴比从而实现非基面位错的开动, 在 Fe50Mn30Co10Cr10 这一双相高熵合金中, 发现变形后 hcp 相中锥面 $\langle c+a \rangle$ 位错占据了 31%, 从而使该高熵合金具有较强的变形能力^[23]。但这一合金是双相合金, 不能排除 fcc 相在变形过程中可能对 hcp 相造成的影响。另一方面, 目前在几种 bcc、fcc 高熵合金中, 都发现了化学短程有序会影响位错的增殖及运动, 并且引起局部堆垛层错能的变化, 从而影响材料的塑性变形行为^[24-26]。这些现象对于促进 hcp 金属中锥面位错的滑移提供了新的思路。目前, 国内外对 hcp 高熵合金的研究还停留在初始阶段。自 2015 年 M. Feuerbacher 等首次通过电弧熔炼制备出了一种单相 hcp 高熵合金^[27], 从那以后, 对 hcp 高熵合金的研究内容涉及了溶质扩散, 热稳定性, 形状记忆效应, 导电性和磁性及力学性能等方面^[28-32]。尽管如此, 关于 hcp 高熵合金的变形行为、加工工艺和强化机制等方面的

收稿日期: 2022-04-25

基金项目: 国家自然科学基金(51801147, 51790482)

作者简介: 张玉晴, 女, 1997 年生, 硕士, 西安交通大学金属材料强度国家重点实验室, 陕西 西安 710049, E-mail: zhangyuqing0429@stu.xjtu.edu.cn

研究还非常有限。尤其是针对 TiZrHf 这类基础的 hcp 高熵合金,目前只有 S. Wang 等人^[33]对其铸态的力学性能及生物相容性进行了初步研究。

与通常只关注少数晶粒中位错特征的 TEM 相比,电子背散射衍射 (EBSD) 结合滑移迹线分析可以对大量晶粒中的滑移活动进行统计研究。本实验以 TiZrHf 这一单相 hcp 中熵合金为研究对象,通过 EBSD 结合 SEM 进行滑移迹线分析,表征并统计在拉伸变形时晶粒中开动的滑移系。通过与纯 Ti 进行对比,探讨 hcp 高熵合金与传统 hcp 合金在变形机制上的差别。阐明 TiZrHf 合金具有较高室温强度的同时也保持较好室温延伸率的机理。

1 实验

采用纯度不小于 99.95% 的纯金属 Ti、Zr、Hf 作为原料,在高纯氩气保护下,使用电弧熔炼制备 TiZrHf 合金铸锭及纯 Ti 铸锭,为保证合金化学成分的均匀性,每个铸锭至少反复熔炼 5 次。为方便滑移迹线分析, TiZrHf 铸态样品室温轧制 (CR) 30% 后,使用管式炉经 80 min 升至 750 °C 保温 30 h,再随炉冷却至室温以得到等轴晶;纯 Ti 铸锭室温轧制 40% 后,经 80 min 升至 750 °C 保温 80 min 后取出淬火,热处理过程中持续通入氩气防止样品氧化。采用 X 射线衍射 (XRD, Bruker D8 Discover) 对试样进行相结构分析,扫描范围为 20°~100°,使用 JADE 软件对 XRD 数据进行分析并计算其晶格常数。沿 RD 方向

采用电火花线切割技术加工狗骨状拉伸试样,宽度 2 mm,厚度为 1.5 mm,标距 9 mm,并使用 Instron5969 万能试验机测试拉伸性能,采用视频引伸计,应变速率为 10^{-3} s^{-1} 。将试样经 240#、600#、1000#、1500# 砂纸打磨后进行电解抛光,抛光液体积比为高氯酸:乙醇=1:9,电压 30 V。在样品表面使用显微硬度压痕作为标记,从而保证样品变形前后测试同一区域。利用场发射扫描电子显微镜 (SEM, Zeiss Super55) 观察样品组织,并对拉伸变形前后样品的 ND 面进行 EBSD 测试,EBSD 数据经过 Channel 5 软件进行分析处理。为了辨别细小的滑移迹线,使用 SEM 对准原位区域 (450 $\mu\text{m} \times 280 \mu\text{m}$) 在高倍下进行拍照。每张照片分辨率为 3072 \times 2048,视野宽度为 50 μm ,相邻照片之间重叠区域约 25%。根据变形前后 EBSD 测量的晶粒取向,可以使用 MATLAB 代码计算出每个晶粒中可能存在的滑移线方向,将计算结果与 SEM 照片中实际观察到的滑移线进行对比从而确定晶粒中开动的滑移系。

2 结果与分析

2.1 TiZrHf 合金铸态组织及相组成

图 1 为 TiZrHf 中熵合金的铸态组织及化学成分分布,据报道, TiZrHf 合金在 972 °C 至固相线温度为稳定 bcc 结构,在 872 °C 至 972 °C 范围内会发生从 bcc 到 hcp 的多晶型转变,因此最终形成了图中的板条状组织^[33]。从图 1 可以看出, Ti、Zr 和 Hf 元素均匀分布在板条状组织中,无明显偏析。

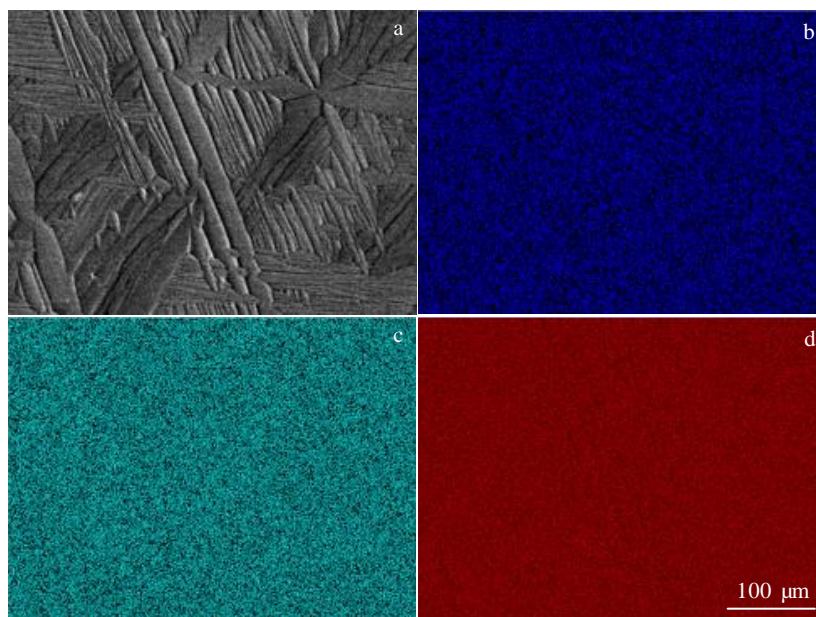


图 1 TiZrHf 合金铸态组织及成分分布

Fig.1 Microstructure (a) and element Ti (b), Zr (c), Hf (d) distribution of as-cast TiZrHf alloy

图2为TiZrHf合金铸态与再结晶态XRD图谱,图中铸态与再结晶态合金都呈单相hcp结构,无明显第二相。这也印证了高熵合金特有的高熵效应,由于高的混合熵明显增加了体系的混乱程度,使得合金化原子随机分布在晶格的点阵位置上,从而降低了合金原子有序化和偏析的趋势,有效地抑制金属间化合物的生成。经JADE软件对XRD数据的分析,可得到TiZrHf合金的晶格常数如下: $a=0.3132\text{ nm}$, $c=0.4967\text{ nm}$, $c/a\approx 1.586$,纯Ti的晶格常数为: $a=0.2956\text{ nm}$, $c=0.4687\text{ nm}$, $c/a\approx 1.586$,两者轴比一样,因此本研究也以纯Ti作变形机制上的对比。Zr及Hf的轴比分别为1.594和1.583^[34,35],采用混合法则计算TiZrHf的轴比为1.588,与XRD计算结果接近,因此认为该TiZrHf中熵合金的轴比符合混合法则。

2.2 轧制热处理后组织及结构

图3为TiZrHf合金铸锭及纯Ti铸锭经过冷轧并退火后的组织及结构。由于高熵合金中原子的置换扩散困难,以及在扩散过程中的相互作用使得TiZrHf合金中原子扩散缓慢,因此其再结晶速度也比较缓慢,需要比纯Ti更长的时间来完成再结晶^[1]。图3a和3d分别为TiZrHf合金和纯Ti轧制及热处理后IPF图,从图中可以看出,TiZrHf合金CR30%后退火30h与纯Ti铸锭CR40%后退火80min所得到的样品组织呈大小均匀的等轴晶。图3b,3e分别给出了再结晶态TiZrHf合金和纯Ti的晶粒尺寸分布情况,通过Channel 5软件对晶粒直径进行统计,并使用Origin软件中非线性曲线拟合的Gauss公式进行拟合。结果表明,经冷轧热处理后TiZrHf合金晶粒直径约14 μm ,纯Ti晶粒尺寸约为20 μm 。图3c,3f分别为再结晶态TiZrHf合金和纯Ti的{0001}和{10 $\bar{1}$ 0}极图,从图中可以看出,两者都呈比较典型的基面织构,即<0001>近似平行ND,且在{0001}极图中,强度分布沿TD方向略微拉长。这是钛和锆等金属经轧制退火再结晶后形成的一种典型的织构类型^[36-38]。

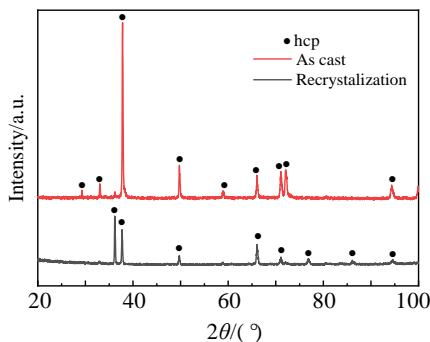


图2 TiZrHf合金铸态与再结晶态XRD图谱

Fig.2 XRD patterns of as-cast and recrystallized TiZrHf alloy

2.3 准原位拉伸试验

图4a~4d为TiZrHf合金与纯Ti样品沿RD方向拉伸变形10%后的IPF图和极图,EBSD测试位置与图3中变形前位置相同,实现了准原位的测试。从图4a和4c可以看出,变形后的样品中晶粒沿RD方向被拉长,并且有部分晶粒出现了取向梯度,还有少量晶粒中出现了孪晶。由于扫描步长的问题,图中孪晶数量并不具有代表性,需要后续将表面磨掉重新电抛后进行表征。图4b,4d的极图显示,在变形10%后,与未变形样品极图相比变化不大,仍呈基面织构,只是织构强度略有减弱。

2.4 滑移迹线分析

对TiZrHf合金的滑移迹线分析在整个图4c中进行,共涉及了162个晶粒。在hcp金属中存在的几种滑移系(SS)分别为基面滑移(SS 1-3)、柱面滑移(SS 4-6)、一阶锥面滑移(SS 7-12)和二阶锥面滑移(SS 13-18)。图4f中取了3个具有代表性的晶粒(即图4e中标记的晶粒123、139、170)进行详细的滑移迹线分析,123号晶粒中开动了柱面滑移和一阶锥面滑移,在139号晶粒中也出现了2种不同方向的滑移线,均为柱面滑移。170号晶粒中只有1个方向的滑移迹线为二阶锥面滑移。图4g为图4e区域所对应的SEM照片,图中用不同颜色标识了该区域中晶粒开动滑移系的理论迹线方向。如图所示,开动柱面滑移的晶粒占比会更大一些,但同时也存在一定数量的晶粒中开动一阶锥面滑移及二阶锥面滑移。具体的定量统计结果见图5。

对纯Ti样品也做了滑移迹线分析。将TiZrHf合金和纯Ti选定区域的所有晶粒中开动滑移系进行统计,其中TiZrHf合金晶粒总数为162个,观察到有滑移迹线的晶粒数为120个,占晶粒总数的74%;纯Ti样品中晶粒总数为194个,观察到有滑移迹线的为143个晶粒,也占晶粒总数的74%左右。在观察到滑移迹线的晶粒中,开动不同滑移系的晶粒所占比例如图5所示。从图5可以看出,TiZrHf合金和纯Ti样品中,开动基面滑移的晶粒很少,纯Ti中开动基面滑移晶粒占3%左右,TiZrHf中基面滑移占比约为4%,2种材料中的变形机制都以柱面滑移为主,而且纯Ti中柱面滑移的比例比TiZrHf合金中柱面滑移的比例更高一些,达到了90%以上。这也与Ti及钛合金这类轴比(c/a)小于1.633的hcp金属中滑移系开动规律相符。两者不同的是,TiZrHf中熵合金中发生锥面滑移的晶粒占比远高于纯Ti中发生锥面滑移的晶粒占比,尤其是二阶锥面滑移。在TiZrHf合金中,一阶锥面滑移占比约16%,二阶锥面滑移占10%左右,两者共占26%;

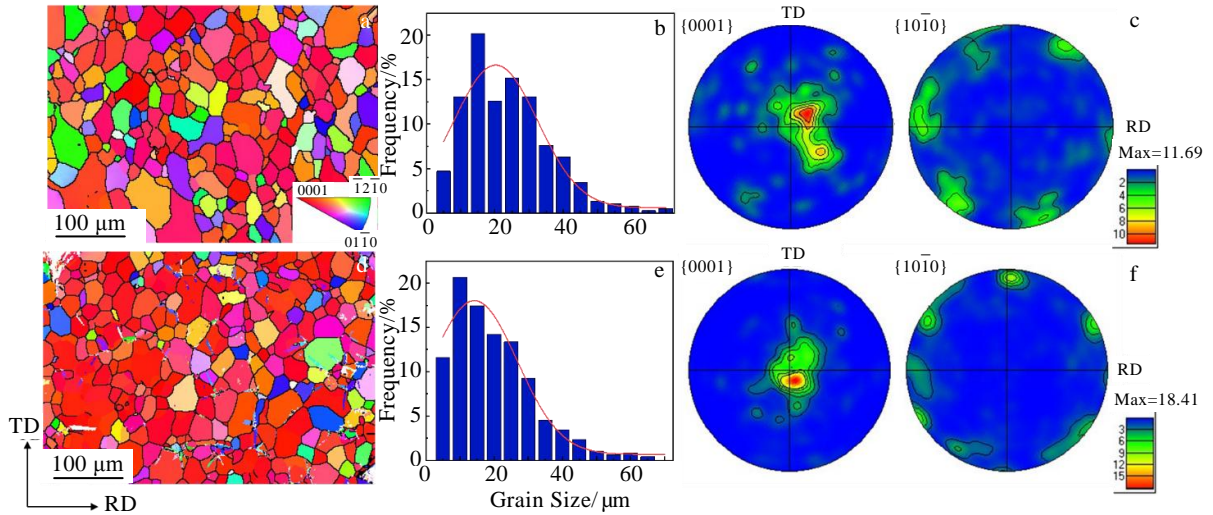


图 3 再结晶态样品 IPF 图、晶粒尺寸分布及极图

Fig.3 IPF maps (a, d), grain size distributions (b, e) and pole figures (c, f) of recrystallized TiZrHf alloys (a-c) and pure Ti (d-f) sample

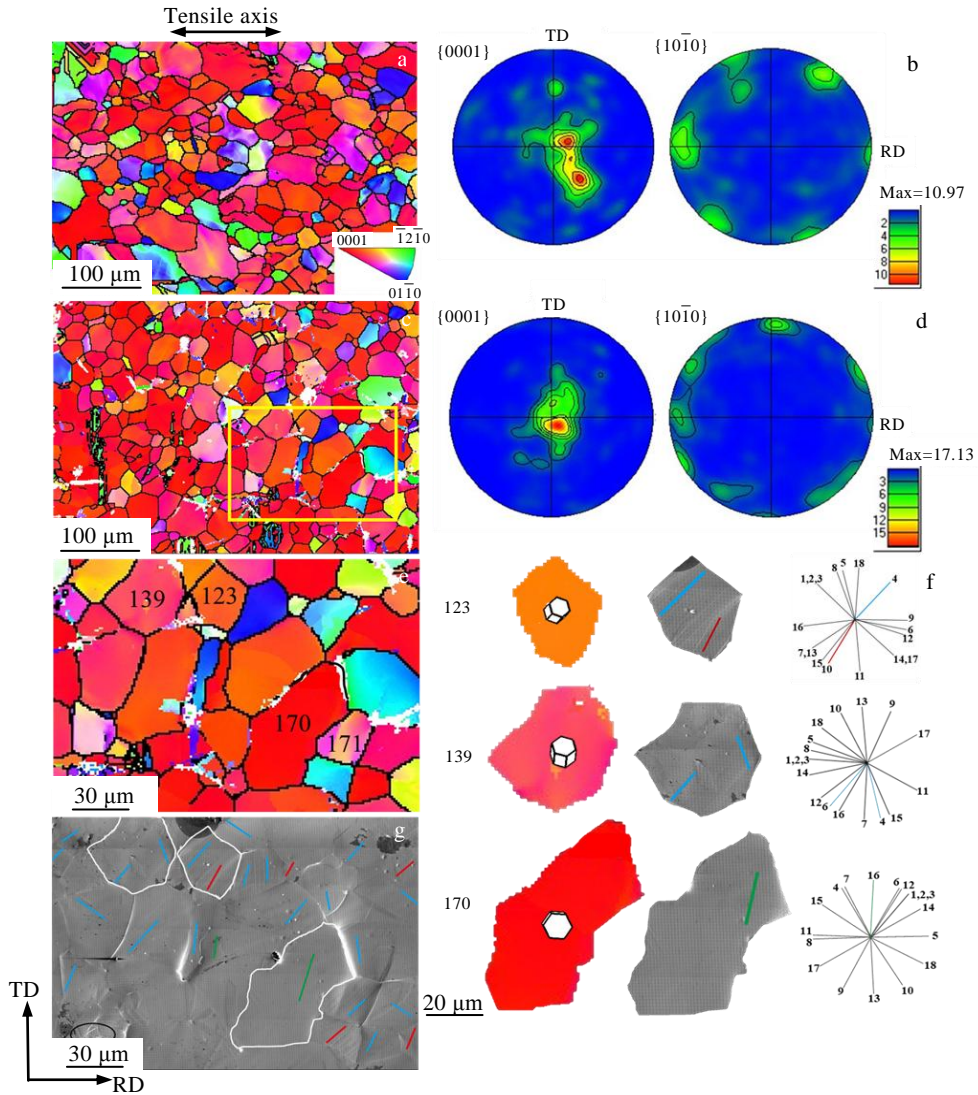


图 4 拉伸变形 10% 后 Ti 和 TiZrHf 合金样品 IPF 图和极图及滑移迹线分析

Fig.4 IPF maps, pole figures of pure Ti (a, b) and TiZrHf alloy (c, d); slip trace analysis of TiZrHf samples after tensile deformation of 10% (e-g)

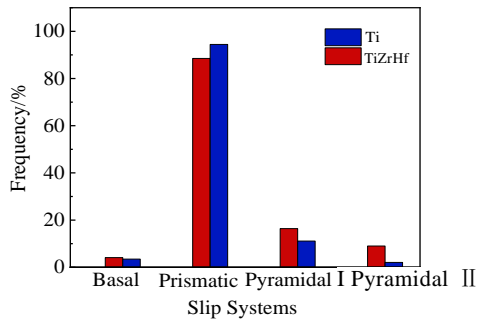


图 5 TiZrHf 合金和纯 Ti 中开动的滑移系统

Fig.5 Frequency of the active slip modes in the TiZrHf and pure Ti samples

而在纯 Ti 中，一阶锥面滑移占比 11%，二阶锥面滑移占 2%，共占 13%。由于本研究的 TiZrHf 合金和纯 Ti 具有相似的晶粒尺寸，接近的轴比，以及相同类型的织构，有理由认为相比于纯 Ti，TiZrHf 合金中的锥面滑移更容易开动。

关于为何在 TiZrHf 合金中，锥面滑移活跃程度要高于纯 Ti，目前尚无可靠结论。但是，许多研究已经表明，在高熵合金中普遍存在化学短程有序现象。例如，Zhang^[39]等通过 X 射线衍射、中子衍射等手段系统研究了 NiCoCr 中熵合金的短程有序结构，他们发现 Cr 原子倾向于在固溶体中与 Ni 和 Co 原子形成键合。Santodonato 等^[40]发现 Al_{1.3}CoCrCuFeNi 高熵合金即使是在液态下，其金属元素也并非随机混合的，Al-Ni、Cr-Fe 和 Cu-Cu 倾向于成键。Yeqiang Bu 等^[26]通过三维原子探针 (APT) 在 TiZrHfNb 合金中发现了 Ti-Zr、Hf-Nb 会由于局部化学成分起伏分别富集形成团簇，并通过原位透射观察到了这些团簇对位错的钉扎、脱钉并留下位错环的过程。对 CrCoNi 中熵合金的多项计算结果表明，这些短程有序现象不仅会影响位错的行为，也会影响到高熵合金中的层错能分布^[25, 41]。一般认为，广义层错能曲线的形状对 hcp 合金位错滑移行为有决定性的作用。Gaoming Zhu 等^[17]认为 Mg 中加入 Ca 元素能改变层错能，从而促进位错从基面到非基面的交滑移；S W Choi 等对纯 Ti 低温下变形的研究表明低温造成层错能的变化会影响位错滑移方式与孪生方式^[42]；与纯 Ti 及纯 Zr 相关的计算进一步可以证明层错能对位错滑移方式的影响^[43-44]；而 Beikai Zhao 则通过实验与模拟计算相结合得出合金元素 (Al) 的添加会改变纯 Ti 的层错能从而改变位错的滑移方式^[45]。基于此，作者推测本研究中 TiZrHf 中熵合金所展现出的较高的锥面滑移活跃程度可能源于材料内部高浓度的固溶原子及其短程有序分布对不同滑移系广义层错能的影响。

2.5 孪晶类型分析

在纯 Ti、Zr 和 Hf 中，常见的孪晶有以下 4 种：拉伸孪晶 (extension twins, ET) {10 $\bar{1}2$ }、{11 $\bar{2}1$ }和压缩孪晶 (contraction twins, CT) {11 $\bar{2}2$ }、{10 $\bar{1}1$ }，表 1 为本研究中所用纯 Ti 孪晶的旋转轴及旋转角度，对于 TiZrHf 合金，孪晶的旋转轴不变，旋转角度分别为 85.03, 34.96, 64.40 及 57.22。通常当材料受到沿 c 轴方向的压应力，或者是垂直于 c 轴方向的拉应力时，将会产生压缩孪晶；而当材料受到沿 c 轴方向的拉应力或垂直 c 轴的压应力时，会产生拉伸孪晶。其中{10 $\bar{1}2$ }ET 和{11 $\bar{2}2$ }CT 由于 CRSS 较小最易生成；{11 $\bar{2}1$ }ET 一般在高应变或低温下生成，{10 $\bar{1}1$ }CT 通常在 400 °C 以上生成，这 2 种孪晶在室温变形下比较少见^[46-47]。

图 6a, 6b 分别为 TiZrHf 合金和纯 Ti 样品在单轴拉伸 10%后，不同孪晶的分布；图 6c 为各种孪晶界占总晶界的长度百分比统计结果。从图中可以看出，2 种材料中孪晶总数相差不大，但是纯 Ti 中以{11 $\bar{2}2$ }CT 为主，有少量的{10 $\bar{1}2$ }ET。由于 TiZrHf 合金和纯 Ti 中大部分晶粒取向都是 c 轴平行于 ND 方向的，沿 RD 方向拉伸时样品即受到沿 c 轴方向的压应力，因此最易产生{11 $\bar{2}2$ }CT；而 TiZrHf 合金中的{10 $\bar{1}2$ }ET 明显多于纯 Ti，接近{11 $\bar{2}2$ }CT 的数量，除此之外，在纯 Ti 中几乎没有的{11 $\bar{2}1$ }ET 及{10 $\bar{1}1$ }CT 在 TiZrHf 合金中都有少量存在。图 6d 为 TiZrHf 合金和纯 Ti 样品中不同种类孪生的施密特因子 (SF) 分布，由图可得 TiZrHf 合金和纯 Ti 样品中 4 种孪晶 SF 值在-0.15~0.5 之间的分布情况相似，2 种材料中{11 $\bar{2}2$ }CT 的 SF 值都主要分布在 0.35~0.5 之间，{10 $\bar{1}2$ }ET 的 SF 值都主要分布在-0.1~0.1 之间，其他 2 种孪晶的 SF 值在不同区间的分布情况也基本相同。考虑到 2 种材料的晶粒尺寸相当(图 4)，不难看出，这 2 种材料在孪生行为上的差异并非由介观和微观尺度上的组织和织构所造成。相反，这种差异更可能源自于材料的某种内在性质。初步猜测，高熵合金中高浓度固溶原子及其化学短程有序可能改变了不同孪生模式的形核和扩展所需的临界应力，因此造成了孪生行为的变化。

表 1 纯 Ti 中常见的孪晶类型

Table 1 Twinning modes in pure Ti

Twinning modes	Twinning plane	Twinning plane	Rotation axis	Rotation angle/(°)
{10 $\bar{1}2$ }ET	{10 $\bar{1}2$ }	<1011>	<1120>	84.94
{11 $\bar{2}1$ }ET	{1121}	<1126>	<1010>	35.00
{11 $\bar{2}2$ }CT	{1122}	<1123>	<1010>	64.48
{10 $\bar{1}1$ }CT	{1011}	<1012>	<1120>	57.29

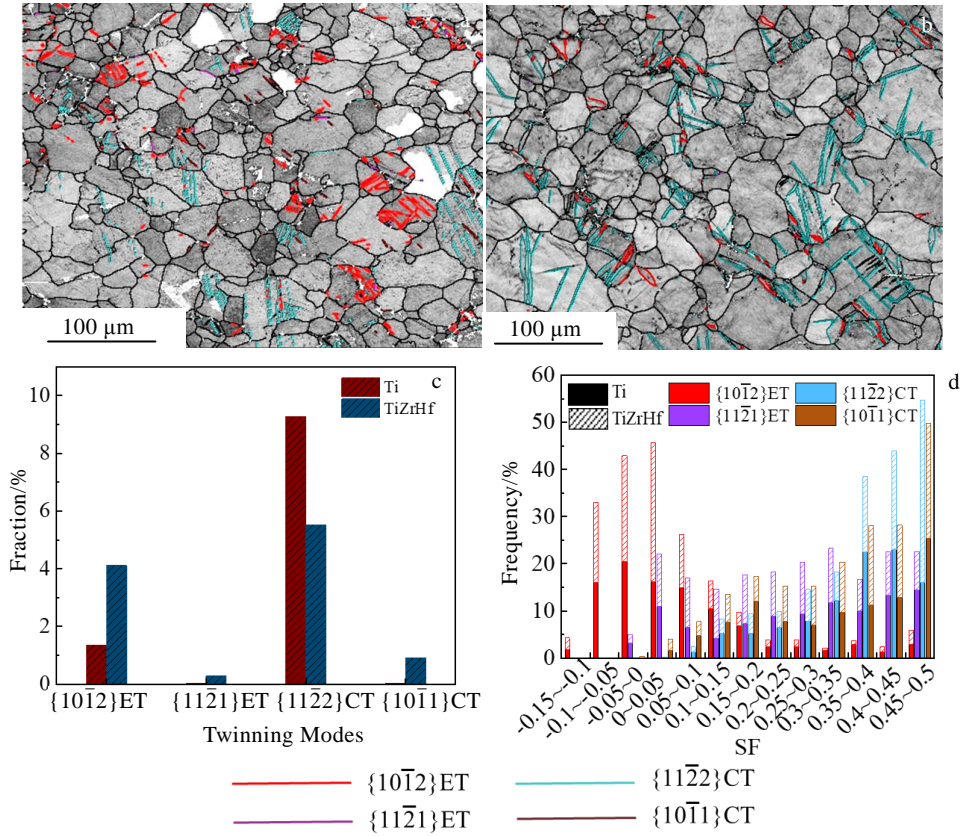


图 6 TiZrHf 合金和纯 Ti 样品中的不同类型孪晶

Fig.6 Twins in TiZrHf (a) and pure Ti (b) samples; fraction of different twinning modes (c) and distributions of Schmid factors SF (d)

2.6 力学性能分析

图 7 为 TiZrHf 合金和纯 Ti 的真应力-应变曲线，显然纯 Ti 的强度较低，但其延伸率达到了 30% 以上，具有较好的塑性；TiZrHf 合金强度远高于纯 Ti，同时也有着接近 20% 的延伸率。为了更好的将二者的强塑性进行对比，设 $I = \text{抗拉强度} \times \text{均匀延长率}$ ，图 8 为再结晶态 TiZrHf 与纯 Ti、Zr 的抗拉强度- I 图^[48-67]。从统计结果可以看出，再结晶态 TiZrHf 合金的综合力学

性能要明显好于本研究的纯 Ti，并且也优于其他研究中组织相似的单相 hcp 金属。TiZrHf 合金的本征高强度应该主要源于高浓度固溶原子所引起的固溶强化以及纳米团簇对位错的钉扎作用，而其较高的延性则主要源于锥面滑移的大量开动。值得注意的是，出于简化研究过程的需要，本研究所制备的材料具有微米级

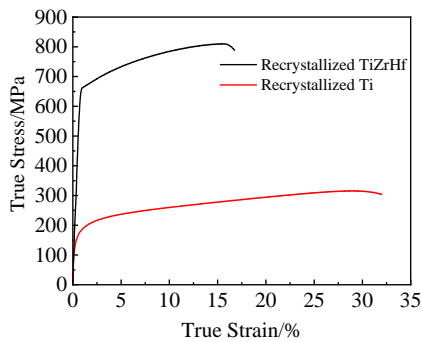


图 7 TiZrHf 合金和纯 Ti 的真应力-应变曲线

Fig.7 True stress-strain curves of TiZrHf alloy and pure Ti

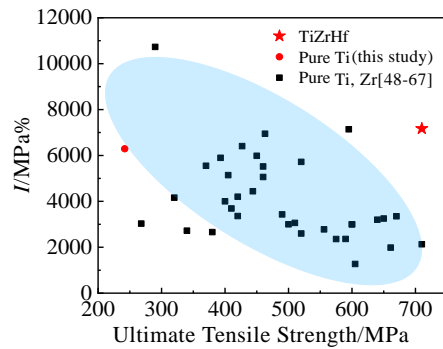


图 8 再结晶态 TiZrHf 与纯 Ti、Zr 性能比较

Fig.8 Mechanical properties of TiZrHf and pure Ti in this study and pure Ti, Zr of other studies

的均匀等轴晶组织。实际上,从材料的强塑性匹配的角度,这并不是最优的微观组织^[68-69]。因此,可以预见,通过进一步优化材料的微观组织(例如形成双峰组织,梯度组织等),TiZrHf中熵合金的力学性能还具有进一步的提升空间。

3 结 论

1) 通过电弧熔炼成功制备了TiZrHf中熵合金,其铸态为板条状组织,且元素在组织中均匀分布,经冷轧退火后完成再结晶可形成均匀的等轴晶组织。这2种状态下的合金均为单相hcp结构,无明显第二相。

2) TiZrHf合金由于原子扩散缓慢,需要更长的退火时间得到和纯Ti再结晶尺寸相近的晶粒,二者完成再结晶后都呈基面织构,样品中大部分晶粒c轴几乎平行于ND方向。

3) 在室温下拉伸变形后,纯Ti以柱面滑移为主要滑移方式,锥面滑移开动的晶粒数较少;而TiZrHf合金中除了柱面滑移以外,锥面滑移也较活跃,锥面滑移开动的比例接近纯Ti中的2倍。2种材料中不同孪晶占比也不同,纯Ti中以 $\{11\bar{2}2\}$ CT为主,而TiZrHf合金中的 $\{10\bar{1}2\}$ ET的数量则接近 $\{11\bar{2}2\}$ CT的数量。

4) 相较于具有相同组织和织构的纯Ti,TiZrHf中熵合金具有更为优异的室温力学性能。一方面,高浓度固溶原子及其化学短程有序现象使得TiZrHf合金具有较高的室温强度。另一方面,活跃的锥面滑移则使该材料具有良好的室温塑性。

参考文献 References

- [1] Yeh J W, Chen S K, Lin S J *et al.* *Advanced Engineering Materials*[J], 2004, 6(5): 299
- [2] Tsai M H, Yeh J W. *Materials Research Letters*[J], 2014, 2(3): 107
- [3] George E P, Raabe D, Ritchie R O. *Nature Reviews Materials*[J], 2019, 4(8): 515
- [4] Lu Yidi(鲁一荻), Zhang Xiaoyong(张骁勇). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(1): 333
- [5] Li D Y, Li C X, Feng T *et al.* *Acta Materialia*[J], 2017, 123: 285
- [6] Liu J P, Guo X X, Lin Q Y *et al.* *Sci China Mater*[J], 2019, 62(6): 853
- [7] Zhang Z J, Mao M M, Wang J W *et al.* *Nature Communications*[J], 2015, 6: 6
- [8] Zhang Y, Ma S G, Qiao J W. *Metall Mater Trans A-Phys Metall Mater Sci*[J], 2012, 43A(8): 2625
- [9] Senkov O N, Wilks G B, Miracle D B *et al.* *Intermetallics*[J], 2010, 18(9): 1758
- [10] Senkov O N, Scott J M, Senkova S V *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2011, 509(20): 6043
- [11] Huang Hailong, Wu Yuan, He Junyang *et al.* *Advanced Materials*[J], 2017, 29(30): 1 701 678
- [12] Lu W J, Liebscher C H, Dehm G *et al.* *Advanced Materials*[J], 2018, 30(44): 1 804 727
- [13] Wang Shubin, Wu Mingxu, Shu Da *et al.* *Acta Materialia*[J], 2020, 201: 517
- [14] Liliensten L, Couzinié J P, Bourgon J *et al.* *Materials Research Letters*[J], 2016, 5(2): 110
- [15] Yoo M H. *Metallurgical Transactions A*[J], 1981, 12(3): 409
- [16] Wei Kang, Hu Rong, Yin Dongdi *et al.* *Acta Materialia*[J], 2021, 206: 116 604
- [17] Zhu Gaoming, Wang Leyun, Zhou Hao *et al.* *International Journal of Plasticity*[J], 2019, 120: 164
- [18] Agnew S R, Yoo M H, Tome C N. *Acta Materialia*[J], 2001, 49(20): 4277
- [19] Xu Jing, Guan Bo, Xin Yunchang *et al.* *Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2021, 11: 012
- [20] Ahmad R, Wu Z, Curtin W A. *Acta Materialia*[J], 2020, 183: 228
- [21] Wang Chenglin, Yu Dapeng, Niu Zhiqiang *et al.* *Acta Materialia* [J], 2020, 200: 101
- [22] Wu Z, Curtin W A. *Proc Natl Acad Sci*[J], 2016, 113(40): 11 137
- [23] Bu Ye qiang, Li Zhiming, Liu Jiabin *et al.* *Physical Review Letters*[J], 2019, 122(7): 075 502
- [24] Chen Bing, Suzhi Li, Zong Hongxiang *et al.* *Proc Natl Acad Sci*[J], 2020, 117(28): 16 199
- [25] Zhang Ruopeng, Zhao Shiteng, Ding Jun *et al.* *Nature*[J], 2020, 581(7808): 283
- [26] Bu Ye qiang, Wu Yuan, Lei Zhifeng *et al.* *Materials Today*[J], 2021, 46: 28
- [27] Feuerbacher M, Heidelmann M, Thomas C. *Materials Research Letters*[J], 2015, 3(1): 1
- [28] Vaidya M, Sen S D, Zhang X *et al.* *Acta Materialia*[J], 2020, 196: 220
- [29] Yaacoub J, Abuzaid W, Brenne F *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2020, 186: 43
- [30] Takeuchi A, Wada T, Kato H. *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*[J], 2016, 63(4): 209
- [31] Huang Tiandang, Jiang Hui, Lu Yiping *et al.* *Applied Physics A*[J], 2019, 125(3): 180

- [32] Uporov S, Estemirova S K, Bykov V A *et al.* *Intermetallics*[J], 2020, 122: 106 802
- [33] Wang S B, Wu D L, She H *et al.* *Mater Sci Eng C*[J], 2020, 113: 110 959
- [34] Peng Kun(彭 坤), Xie Youqing(谢佑卿). *Journal of Central South University*(中南工业大学学报)[J], 1999, 30(6): 611
- [35] Zhao Chenxi(赵晨曦), Xie Yaoping(谢耀平), Yao Meiyi(姚美意) *et al.* *Shanghai Metals*(上海金属)[J], 2020, 42(5): 5
- [35] Chen Liangwei(陈亮维), Liu Zhuang(刘 状), Yu Lan(虞 澜) *et al.* *Materials Science and Technology*[J], 2020, 28(1): 17
- [36] Wu Weiran(吴蔚然), Zhou Zheng(周 正), Sun Huanzheng(孙焕政) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(6): 1971
- [37] Wang Y N, Huang J C. *Materials Chemistry & Physics*[J], 2003, 81(1): 11
- [38] Jiang Haitao, Liu Jixiong, Mi Zhenli *et al.* *International Journal of Minerals Metallurgy & Materials*[J], 2012, 19(6): 530
- [39] Zhang F X, Zhao S, Jin K *et al.* *Phys Rev Lett*[J], 2017, 118(20): 205 501
- [40] Santodonato L J, Zhang Y, Feyngenson M *et al.* *Nat Commun*[J], 2015, 6: 5964
- [41] Ding Jun, Yu Qin, Asta Mark *et al.* *Proc Natl Acad Sci*[J], 2018, 115(36): 8919
- [42] Choi S W, Won J W, Lee S *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 738: 75
- [43] Kumar A, Kumar M A, Beyerlein I J. *Sci Rep*[J], 2017, 7(1): 8932
- [44] Kwasniak P, Garbacz H, Kurzydowski K J. *Acta Materialia*[J], 2016, 102: 304
- [45] Zhao Beikai, Huang Peng, Zhang Libo *et al.* *Sci Rep*[J], 2020, 10(1): 3086
- [46] Knezevic M, Zecevic M, Beyerlein I J *et al.* *Acta Materialia*[J], 2015, 88: 55
- [47] Zhou Baoxue, Yang Rong, Wang Bingshu *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 803: 140 458
- [48] Sabirov I, Perez-Prado M T, Molina-Aldareguia J M *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2011, 64(1): 69
- [49] Ozerov M S, Klimenko D N, Rtishcheva L P *et al.* *Materials Science and Engineering*[J], 2021, 1014(1): 012 039
- [50] Huang J, Zhang K M, Jia Y F *et al.* *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2019, 35(3): 409
- [51] Yuan Chao, Wang Yunpeng, Sang Deli *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 619: 513
- [52] Jiang Jie, Zhao Yanwei, Wang Xiaoxiang, *Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 794: 139 808
- [53] Ertorer Osman, Topping Troy, Li Ying *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2009, 60(7): 586
- [54] Wu Haoran, Jiang Jinghua, Liu Huan *et al.* *Metals*[J], 2017, 7(12): 563
- [55] Huang Z W, Yong P L, Zhou H *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 773: 138 721
- [56] Stolyarov V V, Zhu Y T, Lowe T C *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 303(1-2): 82
- [57] Alobaid B. *Materials Science and Engineering*[J], 2021, 1090(1): 012 115
- [58] Chai Linjiang, Luan Baifeng, Xiao Dongping *et al.* *Materials & Design*[J], 2015, 85: 296
- [59] Stolyarov V V, Zhu Y T, Alexandrov I V *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 299(1): 59
- [60] Won J W, Choi S W, Hong J K *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 798: 140 328
- [61] Liu Xiaomin, Gao Hongliang, Wu Haijun *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 808: 140 915
- [62] Yang D K, Hodgson P D, Wen C E. *Scripta Materialia*[J], 2010, 63(9): 941
- [63] Zhang Y, Figueiredo R B, Alhajeri S N *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(25-26): 7708
- [64] Zherebtsov S, Lojkowski W, Mazur A *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527(21-22): 5596
- [65] Yang Z N, Xiao Y Y, Zhang F C *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2012, 556: 728
- [66] Chen Xin, He Weijun, Chen Wenhuan *et al.* *Advanced Engineering Materials*[J], 2021, 23(3): 2 001 039
- [67] Zhang X, Zhang B, Liu S G *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 773: 138 723
- [68] Zhang C L, Bao X Y, Zhang D D *et al.* *International Journal of Plasticity*[J], 2021, 147: 103 126
- [69] Ning Jiangli(宁江利), Yuan Xiaoyi(苑潇逸), Wu Meng(吴蒙) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料工程)[J], 2022, 51(2): 566

Quasi-in-situ EBSD Study on the Deformation Behavior of TiZrHf Medium Entropy Alloys with hcp Structure

Zhang Yuqing^{1,2}, Zhang Dongdong^{1,2}, Yi Meng^{1,2}, Kuang Jie^{1,2}, Liu Gang^{1,2}, Sun Jun^{1,2}

(1. School of Materials Science and Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

(2. State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: TiZrHf medium entropy alloy and pure Ti with uniform equiaxed grains were successfully prepared by vacuum arc furnace melting and annealing after cold rolling. X-ray diffraction (XRD) and electron backscatter diffraction (EBSD) results show that TiZrHf alloy and pure Ti are single-phase hcp structure with the close c/a ratio and basal texture after cold rolling and annealing. In order to compare the differences in plastic deformation mechanism between the two hcp metals, the microstructure and texture evolution during uniaxial tension were characterized by scanning electron microscope (SEM) and electron back scattered diffraction (EBSD). The results of slip trace analysis show that compared with pure Ti, the activities of pyramidal slip and $\{10\bar{1}2\}$ tension twins in TiZrHf alloy increase significantly while the activity of $\{11\bar{2}2\}$ compression twins decreases.

Key words: hcp medium entropy alloy; deformation mechanism; slip trace; texture; quasi-in-situ EBSD

Corresponding author: Kuang Jie, Ph. D., Professor, State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, P. R. China, E-mail: kuangjie@xjtu.edu.cn